

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公表特許公報 (A)

(11) 特許出願公表番号

特表平9-503459

(43) 公表日 平成9年(1997)4月8日

(51) Int.Cl. <sup>9</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	
B 3 2 B 5/26		7821-4F	B 3 2 B 5/26	
D 0 4 H 1/72		7633-3B	D 0 4 H 1/72	A
3/16		7633-3B	3/16	
13/00		7633-3B	13/00	
D 0 6 M 17/00		7633-3B	D 0 6 M 17/00	Z
			審査請求 未請求 予備審査請求 有	(全 23 頁)

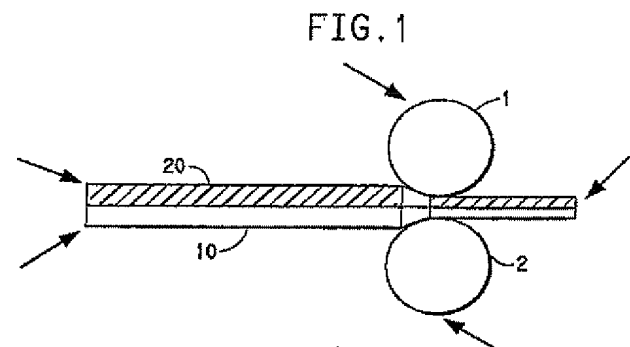
(21) 出願番号 特願平7-510825  
 (86) (22) 出願日 平成6年(1994)9月30日  
 (85) 翻訳文提出日 平成8年(1996)3月29日  
 (86) 国際出願番号 PCT/US94/10592  
 (87) 国際公開番号 WO95/09728  
 (87) 国際公開日 平成7年(1995)4月13日  
 (31) 優先権主張番号 08/130, 773  
 (32) 優先日 1993年10月4日  
 (33) 優先権主張国 米国 (US)  
 (81) 指定国 EP (AT, BE, CH, DE, DK, ES, FR, GB, GR, IE, IT, LU, M C, NL, PT, SE), CA, JP, KR

(71) 出願人 イー・アイ・デュボン・ドウ・ヌムール・アンド・カンパニー  
 アメリカ合衆国デラウェア州19898ウィルミントン・マーケットストリート1007  
 (72) 発明者 リム, ヒュン・スング  
 アメリカ合衆国バージニア州23832チエスターフィールド・コッパペニーコート5303  
 (72) 発明者 シン, ヒュンクツク  
 アメリカ合衆国デラウェア州19803-1913ウィルミントン・ヒツチングポストドライブ134  
 (74) 代理人 弁理士 小田島 平吉 (外1名)

(54) 【発明の名称】 調節された多孔度のカレンダー加工された紡糸結合/溶融吹き込み成形ラミネート

# (57) 【要約】

二層複合シートを製造する時には溶融-吹き込み成形繊維を加熱されない弾性ロール (2) に対して操作されている140-170℃に加熱された金属ロール (1) と接触させ、そして三層複合シートを製造する時には加熱された金属ロールと接触する紡糸結合ウェブが6より小さいd tex/繊維値を有するような方法で成分ウェブの組み立て体をカレンダー加工することにより、少なくとも一面に積層された紡糸結合ポリプロピレン繊維シート (10) を有する溶融-吹き込み成形ポリプロピレン繊維ウェブ (20) を含んでなる調節された多孔度の複合シートが製造される。これらの複合シートは約5-75秒のガーリー-ヒル多孔度、優れた機械的および引き裂き強さ、高い水蒸気浸透速度、並びに低い液体水透過性を有する。それらは建物覆いシートおよび殺菌性包装用シートの製造に特に適する。殺菌性包装分野では、それらは同じ目的のために使用されている医学用紙よりかなり良好である。



## 【特許請求の範囲】

1. TAPPI試験T-519om-86により測定された少なくとも75%の不透明度を有し、5-75秒のガーリー-ヒル多孔度として表される低い空気透過性、ASTM標準E96、方法Bに従う24時間での少なくとも $500\text{ g/m}^2$ の高い水蒸気透過速度、ATCC標準127-1985に従う少なくとも0.75mの静水頭圧力により表わされる低い液体水透過性、および殺菌性包装用に使われる医学用紙のものより相当良好な細菌に対する遮断性を有する高強度の引き裂き抵抗性のカレンダー加工された複合シートであって、このシートが1つの溶融-吹き込み成形ポリプロピレン繊維ウェブおよびその少なくとも一面に積層された紡糸結合ポリプロピレン繊維シートを含んでなり、この溶融-吹き込み成形繊維が $1-10\text{ }\mu\text{m}$ の平均直径を有し、この溶融-吹き込み成形繊維ウェブ自身が約 $17-40.7\text{ g/m}^2$ の平均重量を有し、そして紡糸結合シートの繊維が少なくとも $20\text{ }\mu\text{m}$ の平均直径を有し、紡糸結合シート自身が約 $17-100\text{ g/m}^2$ の平均重量を有する、複合シート。

2. 30-75秒のガーリー-ヒル多孔度を有する、建物覆いとしての使用のための請求の範囲第1項の複合シート。

3. ASTM標準E96、方法Bに従う24時間での少なくとも $500\text{ g/m}^2$ の水蒸気透過速度および少なくとも0.9mの静水頭圧力により表わされる低い液体水透過性を有する、請求の範囲第2項の複合シート。

4. 5-50秒のガーリー-ヒル多孔度を有し、標準化された細菌試験室条件下で試験サンプルの少なくとも60%が細菌の存在を示さないような有効な細菌遮断性を与える、殺菌性包装における使用のための請求

の範囲第1項の複合シート。

5. 溶融-吹き込み成形ウェブが静電的に帯電される、請求の範囲第1項の複合シート。

6. 溶融-吹き込み成形ウェブが静電的に帯電される、請求の範囲第4項の複合シート。

7. 紡糸結合シートの繊維が少なくとも10のdtex/フィラメント値を有す

る、請求の範囲第1項の二層複合シート。

8. 紡糸結合層の少なくとも1つが6より小さいd t e x /フィラメントの繊維から製造される、請求の範囲第1項の三層複合シート。

9. 請求の範囲第1項の複合シートから製造される微細濾過部品。

10. 140-170℃の温度に加熱された平滑な金属ロールを含んでなり、75-85のショアD硬度を有する加熱されない弾性ロールに対して約 $1.75 \times 10^{-5}$ - $3.5 \times 10^{-5}$  N/mのニップ負荷において操作されるカレンダーの中で、熔融-吹き込み成形ポリプロピレン繊維ウェブおよびその少なくとも一面に積層された紡糸結合ポリプロピレン繊維シートからなる組み立て体をカレンダー加工することによる複合シートの製造方法であって、この熔融-吹き込み成形繊維が1-10  $\mu$ mの平均直径を有し、この熔融-吹き込み成形繊維ウェブ自身が約17-40.7 g/m<sup>2</sup>の平均重量を有し、そして紡糸結合シートの繊維が少なくとも20  $\mu$ mの平均直径を有し、紡糸結合シート自身が約17-100 g/m<sup>2</sup>の平均重量を有し、但し条件として、二層複合シートを製造する時には熔融-吹き込み成形繊維ウェブだけが加熱された金属ロールと直接接触し、そして三層複合シートを製造する時には加熱された金属ロールと接触する紡糸結合シートが6より小さいd t e x /フィラメント

(D T P F) 値を有するフィラメントから製造される、複合シートの製造方法。

11. 二層複合シートが製造され、そして加熱された金属ロールと接触するウェブの熔融-吹き込み成形繊維が少なくとも約10のd t e x /繊維値を有する、請求の範囲第7項の方法。

12. 加熱された金属ロールの温度が140-150℃である、請求の範囲第7項の方法。

13. 加熱された金属ロールと接触する層が、その接触前に、加熱された金属ロールの温度より約20℃下の温度に予備加熱される、請求の範囲第7項の方法。

**【発明の詳細な説明】**

調節された多孔度のカレンダー加工された紡糸結合／溶融吹き込み成型ラミネート

**発明の背景**

本発明は、高い不透明度と良好な水蒸気透過性であるが低い空気および水透過性と細菌に対する良好な遮断性質とを兼備する紡糸結合および溶融一吹き込み成形ポリプロピレンウェブのカレンダー加工されたラミネートに関する。

紡糸結合ポリエチレンシート（フラッシュ紡糸ポリエチレンプレキシフィラメントウェブから製造される）が数年間にわたり空気流抵抗性の「建物覆い(house wrap)」として並びに殺菌性包装用途で使用されている。このシートはその強度、耐性、不透明度、並びに高い水蒸気透過速度を保ちながら空気透過を減少させる能力に関して知られており、そしてさらに細菌に対する優れた遮断性も与える。しかしながら、特に強風にさらされる場所でのさらに高い引き裂き抵抗性を有する建物覆い製品に関する要望が存在する。同時に、水蒸気殺菌に耐えられる比較的高融点物質用の殺菌性包装における要望もある。十分高い融解温度および優れた機械的性質を有する1種のポリオレフィン物質はポリプロピレンである。

ポリプロピレン建物覆いシートの使用は既知である。すなわち、Dunaway 他（Reemay Inc.）の米国特許4,898,761は、不透過性重合体フィルムを例えばE.I. du Pont de Nemours and Companyから商標

TYPAR®として入手可能なポリプロピレンシートに積層しそして生じた

シートに微小直径の針で穴をあけてシートを多孔性にするることにより製造される液体に不透過性でありそして水蒸気に透過性である遮断性建物覆い布を開示している。Luo (DuPont) の米国特許4,684,568は、

ポリプロピレンフィルムのコーティングを TYPAR® シートに適用しそして次にカレンダー加工することにより製造される水蒸気に透過性で液体水に不透過性である布を記載している。これらの製品は適度の引き裂き抵抗性および強度を有するが、それらは空気浸透抵抗性および水蒸気透過速度の良好なバランスを有していない。

Brock 他 (Kimberley-Clark Corp.) の米国特許 4,766,029 は、紡糸結合／溶融－吹き込み成形／紡糸結合ウェブのカレンダー加工された三層ラミネートである建物覆いを開示している。溶融－吹き込み成形層は二成分、すなわち、ポリエチレンおよびポリプロピレン微小繊維を有する。積層中に、ポリエチレン繊維は溶融しそしてこの物質が流動して格子空間を閉じそして層を一緒に結合させる。これにより半－透過性ラミネートが生成する。溶融－吹き込み成形物質において二タイプの繊維の必要性が明らかな欠点である。

Ostrowski 他 (James River Corp.) の米国特許 4,900,619 は、平滑な加熱された鋼ロールおよび外部の赤外線源で約 116－160℃の温度に加熱された弾性ロールにより作られたニップ中で熱－カレンダー加工により一緒に積層された熱可塑性の溶融－吹き込み成形および紡糸結合ウェブからなる半透明な不織複合体を記載している。典型的には、各層中の熱可塑性物質はポリプロピレンである。

「半透明な」という語は「光の通過を可能にする」を意味すると理解される。半透明度は例えば不透明度測定法により測定することができる

(TAPPI 試験方法 T 425 om-86、「紙の不透明度」)。その試験によると、商業的な James River 製品は 50%より小さい不透明度を有する。この低い不透明度は2つの加熱されたカレンダーロール間でシートを積層してフィルムを生成することから生ずる。一般的には、半透明度は繊維のある種の物理的性質またはシート中でのそれらの分布の永久的変化の発生を示しており、それは比較的低い機械的一体性または引っ張り強さをもたらすことがある。さらに、美的理由のために、半透明よりむしろ不透明な建物覆いがあることが好ましい。建物覆いは実際には側面が覆われるのだが、建物覆いを通して全ての柱や連結部が見えてしまう建物覆いで覆われている工事中的建物は見苦しい。

Kimberley-Clark の国際出願 WO 87/05952 は、カレンダー加工前の紡糸結合フィラメントへのフルオロカーボンの含浸を開示している。この製品は使い捨て衣服用の紡糸結合／溶融－吹き込み成形／紡糸結合不織ラミネートである。カレンダー加工の目的は、多孔度、柔軟性およびドレイプ性は保ちながら積層

衣服表面の「毛羽および糸くず」抵抗性を改良することである。フルオロカーボンを含浸させないと、衣服はカレンダー加工中にそれらの多孔度を失う。カレンダー加工はそれと接触する層中の繊維の熔融温度（例えば、ポリプロピレンに関しては $167^{\circ}\text{C}$ ）に加熱された平滑な鋼ロールおよび例えばプラスチック、綿、または紙の如き物質から製造できる加熱されないロールを含んでなる。

良好な水蒸気浸透速度、低い空気透過性、液体水不透過性および細菌に対する良好な遮断性質を有する強くて不透明なウェブに関する要望がある。

### 発明の要旨

本発明に従えば、TAPPI試験T-519om-86により測定された少なくとも75%の不透明度、5-75秒のガーリー-ヒル多孔度として表される低い空気透過性、ASTM標準E96、方法Bに従う24時間での少なくとも $500\text{ g/m}^2$ の高い水蒸気透過速度、ATCC標準127-1985に従う少なくとも0.75mの静水頭圧力により表わされる低い液体水透過性、および殺菌性包装用に使用される医学用紙のものより相当良好な細菌に対する遮断性を有する高強度の引き裂き抵抗性のカレンダー加工された複合シートであって、このシートが1つの熔融-吹き込み成形ポリプロピレン繊維ウェブおよびその少なくとも一面に積層された紡糸結合ポリプロピレン繊維シートを含んでなり、この熔融-吹き込み成形繊維が $1-10\text{ }\mu\text{m}$ の平均直径を有し、この熔融-吹き込み成形繊維ウェブ自身が約 $17-40.7\text{ g/m}^2$ の平均重量を有し、そして紡糸結合シートの繊維が少なくとも $20\text{ mm}$ の平均直径を有し、紡糸結合シート自身が約 $17-100\text{ g/m}^2$ の平均重量を有する複合シートが今回提供される。

また、 $140-170^{\circ}\text{C}$ の温度に加熱された平滑な金属ロールを含んでなり、加熱されない弾性ロールに対して約 $1.75 \times 10^{-5} - 3.5 \times 10^{-5}\text{ N/m}$ のニップ負荷において操作されるカレンダーの中で、熔融-吹き込み成形ポリプロピレン繊維ウェブおよび少なくとも1つの積層された紡糸結合シートからなる組み立て体をカレンダー加工することによる上記の複合シートの製造方法であって、但し条件として、二層複合シートを製造する時には熔融-吹き込み成形繊維ウェブだけが加熱された金属ロールと直接接触し、そして三層複合シートを製造する

時には加熱された金属ロールと接触する紡糸結合シートが6より小さいd t e x

／フィラメント (D T P F) 値を有するフィラメントから製造される、複合シートの製造方法も提供される。

#### 図面の簡単な説明

図1は二層複合シートをカレンダー加工する方法を表す概要図である。

図2は三層複合シートをカレンダー加工する方法を表す概要図である。

#### 発明の詳細な記述

溶融一吹き込み成形ポリプロピレン繊維および紡糸結合ポリプロピレン繊維の両者は既知でありそして商業的に入手できる。米国特許3,978,185 (Bunt in 他) に記載されているように、溶融一吹き込み成形ポリプロピレン繊維は重合体状物質を微細流の中に押し出しそしてこれらの流を高速の加熱された空気への露呈により小さい直径の繊維に延伸することにより製造できる。約1-10  $\mu$  mの平均直径を有するこれらの繊維は移動するベルトの上でウェブの形態で集められる。ウェブは静電的に帯電されていてもまたは帯電されていなくてもよい。帯電方法は米国特許4,904,174 (Moosmayer 他) に記載されている。溶融一吹き込み成形繊維を製造するために適するポリプロピレンは約200-800 d g／分のどちらかという高い溶融流速を有する。

紡糸結合ポリプロピレン繊維はいずれかの従来方法により、例えば、例えば Henderson の米国特許3,821,062、Edwards の3,563,838、および Kinney の3,338,992に記載されているような一般的に既知である方法で重合体を溶融一紡糸することにより製造できる。紡糸結合繊維は長くそして少なくとも20  $\mu$  mの平均直径を有する。二層複合体を製造する時には、その中の繊維が約10もしくはそれ以上のD T P F値を有する紡糸結合シートを使用することが好ましい。この紡

糸結合フィラメントを製造するために使用されるポリプロピレン樹脂は

約3.5-4.6 d g／分の溶融流速を有する。TYPAR®を製造するため

に使用される樹脂は4.2 dg/分の溶融流速を有し、そしてこの繊維は9より大きいDTPFを有する。

本発明の複合体中の紡糸結合層が機械的強さおよび一体性を与える一方で、溶融一吹き込み成形層が所望する微小多孔度および遮断性質を与える。本発明の複合体は紡糸結合ウェブの1つの層に積層された溶融一吹き込み成形ウェブの1つの層からなる簡単なラミネートであってもよく、または溶融一吹き込み成形ウェブが芯を形成し、紡糸結合ウェブが外層を形成するような三層サンドイッチの形態であってもよい。

カレンダー加工がウェブの多孔度を減少させそしてそれに対して望ましい遮断性質を与える。この操作は、加熱された金属、一般的には鋼、のロールおよび例えば密に充填された綿、羊毛、またはポリアミドの如きいずれかの適当な物質から製造できる加熱されない弾性ロールを含んでなる標準的な装置の中で実施することができる。弾性物質の典型的なショアD硬度は約75-85であることができる。加熱されない弾性ロールの硬度が「フットプリント(footprint)」すなわちカレンダー加工される瞬間面(instant area)を決定する。硬度が減少すると接触面が増加しそして圧力が減少し、硬度が増加すると接触面が減少しそして圧力が増加する。生じる複合シートの多孔度を調節するために所望されるカレンダー加工条件を生ずる圧力と温度のバランスが要求される。一つだけの加熱されたロールを有するカレンダー加工は不透明度を増加させる。対照的に、2つのロールが加熱される時には、生じるシートは半透明でありそしてフィルムまたは紙のようであり、それは望ましくない。半透

明な紙のようなシートはしばしば比較的低い引っ張り強さだけでなく特に比較的低い引き裂き強さも示す。これはかなり減じられる個々の繊維の寄与および繊維配向のかかりの損失に起因する可能性がある。

本発明に従う好適な加熱されたロール温度は140-155℃である。ウェブの多孔度は、とりわけ、カレンダーのニップ中でシートに適用される力対シートの幅の比であるニップ負荷に依存しており、ニップ負荷が高くなればなるほど多孔度は低くなる。好適には、ニップ負荷は約 $1.75-3.50 \times 10^{-5}$  N/mで



あるべきである。

二層複合体を製造する時には、溶融—吹き込み成形ポリプロピレン繊維ウェブが加熱された金属ロールと直接接触する。これによりポリプロピレンの融点より低い温度における操作が可能になるが、約170℃までのどの温度でも原則的に使用することができる。

三層複合体を製造する時には、加熱された金属ロールと直接接触する側面上で低いDTPFの紡糸結合シートを使用することが本方法の成功にとって必須である。これにより溶融—吹き込み成形ウェブへのそしてその中への良好な熱転移が可能になり、そして三層全ての良好な結合が生ずる。加熱されない弾性ロールと接触する紡糸結合シートも一般的に低いDTPFの物質であろう。

二層複合体または三層複合体を製造するかどうかにかかわらず、いずれの場合にも、加熱された金属ロールと接触しない紡糸結合シートの接着性は、カレンダー—加工段階前にシートを予備加熱することにより、例えば、金属カレンダーロールの操作温度より約20℃下の温度に加熱された他の金属ロールと接触させることにより、さらに改良することができる。

図1は二層複合体を製造するための本発明の方法を概略的に示しており、そこで10は紡糸結合シート成分であり、そして20は溶融—吹き込み成形ウェブ成分であり、1は加熱された金属ロールであり、そして2は加熱されない弾性ロールである。矢印は成分および複合体の移動方向並びにロールの回転方向を示す。

図2は三層複合体を製造するための本発明の方法を概略的に示しており、そこで30および40は紡糸結合シート成分であり、そして50は溶融—吹き込み成形ウェブ成分であり、3は加熱された金属ロールであり、そして4は加熱されない弾性ロールである。矢印は成分および複合体の移動方向並びにロールの回転方向を示す。

建物覆いとしての使用のためには、複合体は標準的な温度および圧力条件下で30—75秒のガーリー—ヒル多孔度を有していなければならない。その水蒸気透過速度は望ましくは24時間もしくはそれ以上で少なくとも $500\text{ g/m}^2$ でなければならない。液体水透過性は低くなければならない。この性質は通常は標

準的条件下で静水頭圧力を測定することにより評価される。好適には、静水頭圧力は少なくとも0.9 mでなければならない。引っ張り強さは1メートルの幅当たり少なくとも3000 Nでなければならない。

殺菌性包装における使用のためには、複合体シートのガーリーーヒル多孔度は5-50秒でなければならない。複合体は（以下に記載される）標準化された試験条件下で試験サンプルの少なくとも60%が細菌の存在を示さないという有効な遮断性を与なければならない。引っ張り強さは1メートルの幅当たり少なくとも1000 Nでなければならない。

約5-75秒のガーリーーヒル多孔度を有する物質がこれまでに液体

の微細濾過(microfiltration)用に使用されていた。例えば、Lim 他のTYVEK for Microfiltration Media, Fluid/Particle Separation Journal, Vol.2, No.1, March, 1989を参照のこと。微細濾過部品も本発明の複合シートから製造することができる。

本発明をそのある代表的態様の下記の実施例により次に説明する。元々S I単位で得られなかった全ての重量単位および測定値はS I単位に変換された。これらの値の一部は四捨五入された。

#### 試験

A S T M標準に従い行われたこれらの試験はそれらのA S T M番号により同定されている。他の試験は以下に示されているそれらの参考文献に従い同定され、適宜、追加説明が示されている。

引っ張り強さ-A S T M D 1 6 8 2-6 4

伸び-A S T M D 1 6 8 2-6 4

エルメンドルフ引き裂き強さ A S T M D 1 4 2 3-8 3

フレイジア多孔度-A S T M D 7 3 7-7 5

水蒸気透過速度-A S T M E 9 6、方法B

ガーリーーヒル多孔度-T A P P I<sup>1</sup> T-4 6 0 o m-8 6。この試験は標準条件下で1 0 0 c m<sup>3</sup>の空気がサンプル中を通過するのに必要な時間を測定する。

静水頭—A A T C C<sup>2</sup> 試験方法127-1985。検定試料を円錐ウェルのオリフィス下に設置しそして3つの漏出点がその下表面に出現するまで一定割合で増加させた水圧をかける。

不透明度—T A P P I T-519om-86。この試験は試験物質の1つのシートにより不明瞭化された印刷物体の百分率を報告する。

細菌遮断性質—数個のサンプルを保有するように設計された細菌試験室 (B T C) は DuPont Company により発明されている。ネブライザーにより生成した細菌胞子の雲を試験サンプルを含有する閉じられた B T C に分配させる。全てのサンプルに同時に真空をかける。細菌胞子はサンプルの中を通過するかまたは通過しない。サンプル中を通過する細菌胞子を膜フィルター上で集める。全ての膜フィルターを取り出しそして培養して、それらの細菌汚染を測定する。結果は細菌浸透に抵抗性であるサンプルの百分率として報告される。この試験は Proceedings of the Tenth Technical Symposium of INDA (Association of the Nonwoven Fabrics Industry), November 17-19, 1992, New York, New York, S.K. Rudy s, "Spunbonded Olefin in Medical Packaging" に記載されている。

<sup>1</sup> Technical Association of the Pulp and Paper Industry

<sup>2</sup> American Association of Textile Chemists and Colorists

全ての実験で、紡糸結合シートの繊維は  $20\ \mu\text{m}$  の直径を有し、そして溶融—吹き込み成形ウェブの繊維は  $1-10\ \mu\text{m}$  の平均直径を有していた。

#### 実施例 1—建物覆い用途のための二層複合体

紡糸結合ポリプロピレンシートは DUPONT の TYPAR® であった。

この実施例で使用された溶融—吹き込み成形ウェブは、溶融ポリプロピレンを紡糸口金を通して押し出しそして押し出された繊維を紡糸口金のところで高温および高速空気流を用いてフィブリル化して微小繊維を

生成することにより製造された。溶融—吹き込み技術は Exxon Chemical Co. により商業的使用のために許可されている。

紡糸結合ポリプロピレンシートおよび溶融一吹き込み成形ウェブを、平滑な金属ロールと78のショアD硬度を有するポリアミドロールとの間で作られたニップの中でカレンダー加工することにより、積層させた。金属ロールを154℃の表面温度に加熱した。ポリアミドロールは加熱されなかった。シート／ウェブ組み立て体がカレンダーニップの中を毎分20mの速度で進行する際に、 $2.75 \times 10^{-5}$  N/mの負荷をそれに適用した。溶融一吹き込み成形ウェブが鋼加熱ロールと接触しながら、紡糸結合シートがポリアミドロールと接触した。これらの条件下で、紡糸結合シートと溶融一吹き込み成形ウェブとの間の優れた接着性が得られた。生じた複合シートは高い空気流抵抗性および高い水蒸気透過速度性質を示した。さらに、高い引っ張りおよび引き裂き強さも示された。両方の出発ウェブ並びに積層された複合シートの物理的性質を以下の表1に示す。

表 1

	TYPAR®	溶融-吹き込み成形	複合体
シート重量、g/m <sup>2</sup>	67.8	40.7	108.5
フレイジア多孔度 (m <sup>3</sup> /分×m <sup>2</sup> )	92.4	9.8	<<0.15
ガーリーーヒル多孔度 (秒)	<<1	<<1	30
MD/CD*引っ張り強さ (N/m×10 <sup>-3</sup> )	3.68/2.80	0.42/0.38	4.03/2.98
MD/CD*伸び(%)	35/42	17/33	35/44
MD/CD*エルメンドルフ 引き裂き強さ(N)	11/13	0.5/0.5	14/12
静水頭(m)	約0	0.58	0.86
不透明度(%)	31	76	84
水蒸気透過速度 (g/m <sup>2</sup> ×24時間)	-	-	686

\*MD＝機械方向、CD＝断面方向

対照的に、加熱されたロールと接触する同じ紡糸結合シートおよびポリアミドロールと接触する溶融-吹き込み成形ウェブを用いて複合シートを製造した時には、積層には188℃というはるかに高い操作温度が必要であった。さらに、表2に示されている通り、紡糸結合層に対する溶融-吹き込み成形層の接着性は良好でなく、そして複合シートは低い空気流抵抗性を示した。

表2

加熱された ロール温度、℃	速度 m/分	ニップ負荷 $N/m \times 10^{-5}$	ガーリー-ヒル 多孔度、秒	加熱されたロール と接触するウェブ
188	20	3.00	1.5	紡糸結合
155	20	3.00	42.6	溶融-吹き込み成形

#### 実施例2-二層複合体、可変的なカレンダー加工条件

この実施例は155℃の一定温度においてニップ負荷および速度を変えることにより得られる空気透過性の範囲を説明する。紡糸結合シート

は68 g/m<sup>2</sup>の基準重量を有する TYPAR® であり、溶融-吹き込み成形ポリプロピレンウェブは38 g/m<sup>2</sup>の基準重量を有していた。実験条件および結果は以下の表3に表されている。

表3

速度、m/分	ニップ圧力、 $N/m \times 10^{-5}$	ガーリー-ヒル多孔度、秒
20	3.00	42.6
20	2.25	33.3
40	3.00	41.0
40	2.25	34.7
60	3.00	16.7
60	2.25	10.6
80	3.00	14.7
80	2.25	7.8

以上からわかるように、カレンダー加工条件を変えることにより広範囲の透過

性が得られる。カレンダー加工速度の減少およびニップ負荷の

増加に伴い、ガーリーーヒル多孔度の増加により証明されるように透過性は減少する。これは、カレンダーニップにおける比較的長い滞在時間および比較的高い凝固力が溶融-吹き込み成形されたウェブ中での比較的良好な熱転移をもたらして膜のものと同様な特性をそれに与えることを示唆している。

### 実施例3-殺菌性包装用途のための三層複合シート

この実施例では、複合体は溶融-吹き込み成形ポリプロピレン繊維ウェブの芯および紡糸結合ポリプロピレンシートの外層を有しており、ここで紡糸結合シートは TYPAR® であったが、6より小さい D T P F 値を有するフィラメントから製造された。この複合シートは細菌に対する良好な遮断性を生じそして水蒸気で殺菌することができた。

紡糸結合ウェブは溶融ポリプロピレンを複数の紡糸口金オリフィスを通して押し出すことにより製造された。生じたフィラメントは温度が調節されている空気中で冷却されそしてベンチュリージェットにより分配室に吸引供給されてフィラメントのファニングおよび絡み合いを確実にさせた。絡み合ったフィラメントを下部に吸引箱を有する移動するベルトの上で不規則的なウェブ状で沈着させた。

この実施例で使用された溶融-吹き込み成形されたウェブは実施例1の通りにして製造された。

2つの紡糸結合された外層および溶融-吹き込み成形された内層を平滑な金属ロールと80-83のショアD硬度を有する綿が充填されたロールとの間のカレンダーのニップ中で積層させた。金属ロールは149℃の表面温度に加熱されたが、綿が充填されたロールは加熱されなかった。シートが59.4 m/分の速度でカレンダーニップ中を進行する際

に、 $1.75 \times 10^{-5}$  N/mの負荷が適用された。

個々の成分並びに複合シートの物理的性質は表4に示されている。比較的高い静水頭では、複合体の空気透過性は溶融-吹き込み成形ウェブまたは紡糸結合シートより相当低かった。高い静水頭では、優れた細菌遮断性質も得られた。それ

と比べて、殺菌性医学用包装で広く使用されている  $67.8 \text{ g/m}^2$  の基準重量を有する医学包装用紙は同じ試験条件下で0の細菌遮断性質を示す。

表 4

	紡糸結合	熔融-吹き込み成形	複合体
基準重量、 $\text{g/m}^2$	17	40.7	81.4
フレイジア多孔度 ( $\text{m}^3/\text{分} \times \text{m}^2$ )	>219	9.08	<<0.15
ガーリーーヒル多孔度(秒)	<<0.5	<<0.5	41.5
MD/CD*引っ張り強さ ( $\text{N/m} \times 10^{-3}$ )	0.38/0.28	0.40/0.28	1.70/0.56
MD/CD*伸び(%)	43.5/59.7	22.3/37.6	11.1/4.5
MD/CD*エルメンドルフ 引き裂き強さ(N)	2.5/2.7	0.5/0.5	4.4/4.9
静水頭(m)	0.09	0.43	1.24
不透明度(%)	30.4	84	81
BTC試験(%)	0	0	66.7

\*MD＝機械方向、CD＝断面方向

#### 実施例4－殺菌性包装用の他の複合体

この実施例は本発明の方法の使用により得られる透過性および細菌遮

断性の範囲を説明する。一つの実験群では、カレンダー加工温度を  $143^\circ\text{C}$  に一定に保ち且つカレンダー加工速度を  $59.4 \text{ m/分}$  に一定に保ちながら、ニップ負荷を変えた。他の実験群では、ニップ負荷を  $1.75 \times 10^{-5} \text{ N/m}$  に一定に保ち且つカレンダー速度を  $59.4 \text{ m/分}$  に一定に保ちながら、カレンダー加工温度を変えた。これらの二群の実験からの複合シートの物理的性質をそれぞれ以下の表5および6に示す。

表 5

ニップ負荷(N/m $\times 10^{-5}$ )	ガーリーーヒル多孔度(秒)	静水頭(m)
1.75	19.9	1.16
2.26	43.0	1.36
3.50	70.1	1.38

表 6

温度(°C)	ガーリーーヒル多孔度(秒)	静水頭(m)	複合体BTC(%)	医学用紙*BTC(%)
143	19.9	1.16	41.7	0
149	41.5	1.24	66.7	0
154	13.1	1.03	41.7	0

\* 殺菌性包装用に使用される紙("Monadnock") 67.8g/m<sup>2</sup>

上記のデータは、一定温度ではガーリーーヒル多孔度および静水頭はニップ負荷につれて増加することを示しており、それは複合シートの構造が比較的密になることを示す。一定のニップ負荷およびカレンダー加工速度では、ガーリーーヒル多孔度および静水頭の両者は149℃にお

いて最大値を示した。BTC遮断性質もこの温度で最大値に達した。

実施例5—静電的に帯電した溶融—吹き込み成形ウェブを用いる三層複合体

この実施例は、静電的に帯電した溶融—吹き込み成形ウェブを本発明の三層複合体の内層として使用する時の細菌遮断性質における別の改良を説明する。溶融—吹き込み成形繊維をウェブ—生成段階において、例えば Kubik 他(3M Company)の米国特許4,215,682および Mossmeier (Exxon Company and Battelle Institute)に記載されている通りにして静電的に帯電させた。複合体は実質的に実施例3に記載されている通りにして製造された。結果を以下の表7に示す。

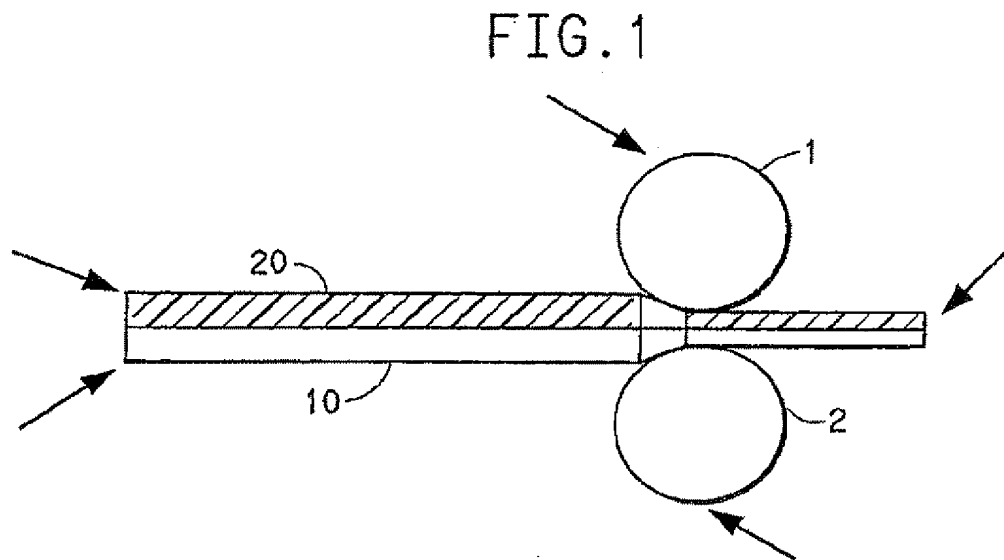


表 7

静電的帯電	ガーリーーヒル多孔度(秒)	静水頭(m)	B T C (%)
なし	41.5	1.24	66.7
あり	47.2	1.10	83.0

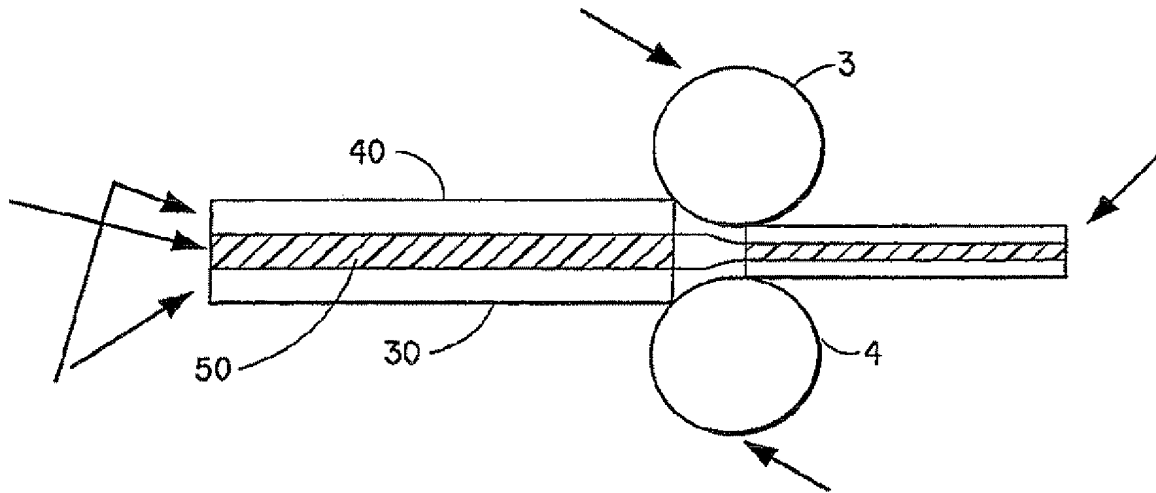
多孔度および静水頭は熔融一吹き込み成形ウェブの静電的帯電によって大きく影響を受けなかったが、細菌遮断性は劇的に変化したことが注目される。

【図 1】



【図2】

FIG.2



【手続補正書】特許法第184条の8

【提出日】1995年6月26日

【補正内容】

請求の範囲

1. TAPPI試験T-519om-86により測定された少なくとも75%の不透明度を有し、5-75秒のガーリーーヒル多孔度として表される低い空気透過性、ATCC標準127-1985に従う少なくとも0.75mの静水頭圧力により表わされる低い液体水透過性、および殺菌性包装用に使用される医学用紙のものより相当良好な細菌に対する遮断性を有する高強度の引き裂き抵抗性のカレンダー加工された複合シートであって、このシートが1つの溶融-吹き込み成形ポリプロピレン繊維ウェブおよびその少なくとも一面に積層された紡糸結合ポリプロピレン繊維シートを含んでなり、この溶融-吹き込み成形繊維が1-10 $\mu$ mの平均直径を有し、この溶融-吹き込み成形繊維ウェブ自身が約17-40.7 g/m<sup>2</sup>の平均重量を有し、そして紡糸結合シートの繊維が少なくとも20 $\mu$ mの平均直径を有し、紡糸結合シート自身が約17-100 g/m<sup>2</sup>の平均重量を有する、複合シート。

2. 30-75秒のガーリーーヒル多孔度を有する、建物覆いとしての使用のための請求の範囲第1項の複合シート。

3. ASTM E96、方法Bに従う24時間での少なくとも500 g/m<sup>2</sup>の水蒸気透過速度および少なくとも0.9mの静水頭圧力により表わされる液体水透過性を有する、請求の範囲第2項の二層複合シート。

4. 5-50秒のガーリーーヒル多孔度を有し、標準化された細菌試験室条件下で試験サンプルの少なくとも60%が細菌の存在を示さないような有効な細菌遮断性を与える、殺菌性包装における使用のための請求の範囲第1項の複合シート。

5. 溶融-吹き込み成形ウェブが静電的に帯電される、請求の範囲第1

項の複合シート。

6. 溶融-吹き込み成形ウェブが静電的に帯電される、請求の範囲第4項の複合

シート。

7. 紡糸結合シートの繊維が少なくとも10のd t e x /フィラメント値を有する、請求の範囲第1項の二層複合シート。

8. 紡糸結合層の少なくとも1つが6より小さいd t e x /フィラメントの繊維から製造される、請求の範囲第1項の三層複合シート。

9. 請求の範囲第1項の複合シートから製造される微細濾過部品。

10. 140-170℃の温度に加熱された平滑な金属ロールを含んでなり、75-85のショアD硬度を有する加熱されない弾性ロールに対して約 $1.75 \times 10^{-5} - 3.5 \times 10^{-5}$  N/mのニップ負荷において操作されるカレンダーの中で、熔融-吹き込み成形ポリプロピレン繊維ウェブおよびその少なくとも一面に積層された紡糸結合ポリプロピレン繊維シートからなる組み立て体をカレンダー加工することによる複合シートの製造方法であって、この熔融-吹き込み成形繊維が1-10  $\mu$ mの平均直径を有し、この熔融-吹き込み成形繊維ウェブ自身が約17-40.7 g/m<sup>2</sup>の平均重量を有し、そして紡糸結合シートの繊維が少なくとも20  $\mu$ mの平均直径を有し、紡糸結合シート自身が約17-100 g/m<sup>2</sup>の平均重量を有し、

但し条件として、二層複合シートを製造する時には熔融-吹き込み成形繊維ウェブだけが加熱された金属ロールと直接接触し、そして三層複合シートを製造する時には加熱された金属ロールと接触する紡糸結合シートが6より小さいd t e x /フィラメント (D T P F) 値を有するフィラメントから製造される、

複合シートの製造方法。

11. 二層複合シートが製造され、そして紡糸結合シートの繊維が少なくとも約10のd t e x /繊維値を有する、請求の範囲第10項の方法。

12. 加熱された金属ロールの温度が140-150℃である、請求の範囲第10項の方法。

13. 加熱された金属ロールと接触していない層が、その接触前に、加熱された金属ロールの温度より約20℃下の温度に予備加熱される、請求の範囲第10項の方法。

## 【国際調査報告】

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No. <b>PCT/US 94/10592</b>		
<b>A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER</b> IPC 6 B32B5/26 D04H13/00		
According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC		
<b>B. FIELDS SEARCHED</b> Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols) IPC 6 B32B D04H		
Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched		
Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)		
<b>C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT</b>		
Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	US,A,4 766 029 (BROCK ET AL.) 23 August 1988 cited in the application see column 1, line 1 - line 52; tables ---	1,2
A	EP,A,0 370 835 (JAMES RIVER CORP.) 30 May 1990 see claims 1-8 ---	1,4
A	EP,A,0 391 725 (JOHNSON & JOHNSON) 10 October 1990 see page 2, line 46 - page 3, line 39 ---	1,4-5,9
A	US,A,4 828 556 (BRAUN ET AL.) 9 May 1989 see column 8, line 34 - column 9, line 14 see column 13, line 54 - line 66 see column 14, line 12 - line 28 ---	1
-/--		
<input checked="" type="checkbox"/> Further documents are listed in the continuation of box C.		<input checked="" type="checkbox"/> Patent family members are listed in annex.
* Special categories of cited documents : "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance "E" earlier document but published on or after the international filing date "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art. "&" document member of the same patent family		
Date of the actual completion of the international search <b>17 January 1995</b>		Date of mailing of the international search report <b>08.02.95</b>
Name and mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2 NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl, Fax: (+31-70) 340-3016		Authorized officer <b>McConnell, C</b>

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Int'l Application No  
PCT/US 94/10592

C.(Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT		
Category	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 15, no. 409 (C-0876) 18 October 1991 & JP,A,31 067 362 (KURARAY CO. LTD.) 19 July 1991 see abstract	1
A	--- DATABASE WPI Week 7837, Derwent Publications Ltd., London, GB; AN 78-66246A & JP,A,53 091 400 (HITACHI KK) 11 July 1978 see abstract	10
A	--- US,A,4 374 888 (S. R. BORNSLAEGER) 22 February 1983 -----	

## INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/US 94/10592

Patent document cited in search report	Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US-A-4766029	23-08-88	NONE	
EP-A-0370835	30-05-90	US-A- 4863785 CA-A- 1311997	05-09-89 29-12-92
EP-A-0391725	10-10-90	AT-T- 107494 AU-A- 5295390 CA-A- 2014053 DE-D- 69010051 ES-T- 2060027 GR-A- 90100242 JP-A- 3063046	15-07-94 11-10-90 07-10-90 28-07-94 16-11-94 27-09-91 19-03-91
US-A-4828556	09-05-89	NONE	
US-A-4374888	22-02-83	CA-A- 1178878	04-12-84